#### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 05070890 A

(43) Date of publication of application; 23.03.93

(51) Int. Cl C22C 38/00

C22C 38/54

(21) Application number: 03232068 (71) Applicant:

(22) Date of filing: 11.09.91 (72) Inventor:

22) Date of filing: 11.09.91 (72) Inventor:

NIPPON STEEL CORP

OHASHI SHOICHI
ISHIKAWA FUSAO
TAKAHASHI TOSHIHIKO

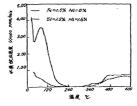
# (54) STEEL FOR HIGH STRENGTH BOLT EXCELLENT IN DELAYED FRACTURE RESISTANCE

#### (57) Abstract:

PURPOSE: To provide a steel for high tensile strength bott excellent in tensile strength and delayed fracture resistance by properly regulating the additive quantities of Si and Ni.

CONSTITUTION: The steel material has a composition consisting of, by weight, 0.20-0.50% C, 0.5-3.0% Si, 1.0-3.0% Ni, <0.50% Mn, 23.0% Cr, 0.3-3.0% Mo, 0.1-0.4% Cu, 20.02% N, further one or <sup>72</sup> kinds among 0.005-0.1% A, 0.01-0.2% Nb, 0.005-0.05% Ti, 0.01-0.2% Nb, 0.005-0.05% Ti, 0.01-0.2% Nb, 0.005-0.05% Ti, 0.01-0.05% V, and 0.0003-0.005% B, and the balance essentially Fe with inevitable impurities and also has a quenched-and-tempered structure. By this method, the steel material for bolt excellent in delayed fracture resistance even if refined to <sup>714</sup>0Ng/fmm² tensile strength can be obtained. The simultaneous addition of Si and Ni is effective for preventing the infiltration and diffusion of hydrogen into the steel.

COPYRIGHT: (C)1993, JPO& Japio



# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-70890

(43)公開日 平成5年(1993)3月23日

(51)Int.Cl.5	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 2 2 C 38/00	301 Z	7217-4K		
	A	7217-4K		
38/54				

### 審査請求 未請求 請求項の数1(全 9 頁)

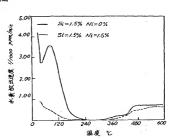
(21)出願番号	特顯平3-232068	(71)出願人	000006655
			新日本製鐵株式会社
(22)出願日	平成3年(1991)9月11日	ł .	東京都千代田区大手町2丁目6番3号
		(72)発明者	大橋 章一
			千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式
			会社技術開発本部内
		(72)発明者	石川 房男
			千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式
			会社技術開発本部内
		(72)発明者	高橋 稔彦
			千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式
			会社技術開発本部内
		(74)代理人	弁理士 大関 和夫

## (54)【発明の名称】 耐遅れ破壊特性に優れた高強度ポルト用鋼

#### (57)【要約】

【目的】 本発明は140kgf/mm2 以上の引張強 さを有し、かつ耐遅れ破壊特性に優れた高張力ボルト用 鋼を提供するものである。

【構成】 重量%で、C:0.20~0.50%、S i: 0. 5~3. 0%, Ni: 1. 0~3. 0%, M n:0.50%未満、Cr:3.0%以下、Mo:0. 3~3.0%, Cu: 0.1~0.4%, N: 0.02 %以下を含有し、さらにA1:0.005~0.1%、 Nb: 0. 01~0. 2%, Ti: 0. 005~0. 0 5%, V: 0. 01~0. 5%, B: 0. 0003~ 0.005%の内の1種または2種以上を含有し、残部 は実質的にFe及び不可避的不純物からなり、かつ焼入 れ焼戻し組織を有する鋼材であって、引張強度140k gf/mm<sup>2</sup> 以上に調質しても、耐遅れ破壊特性に優れ ている。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 重量%で、C:0.20~0.50%、 Si: 0. 5~3. 0%, Ni: 1. 0~3, 0%, M n:0.50%未満、Cr:3.0%以下、Mo:0. 5~2.0%, Cu: 0.1~0.4%, N: 0.02 %以下なる量を含有し、さらにA1:0.005~0. 1%, Nb: 0, 01~0, 2%, Ti: 0, 005~ 0. 05%, V:0. 01~0. 5%, B:0. 000 3~0.005%の内の1種または2種以上含有し、残 部は実質的にFe及び不可避的不練物からなり、かつ焼 10 i:0.005~0.05%、V:0.01~0.5 入れ検票し組織を有することを特徴とする耐遅れ破壊特 性に優れた高強度ボルト用鋼。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は140kgf/mm2以上 の引張強さを有し、かつ耐遅れ破壊特性に優れた高張力 ボルト用鋼に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】近年、特に構造物の大型化、自動車や土 木機械等の軽量化に伴い、引張強さ120~130kg 20 f /mm<sup>2</sup> 以上の高張力ボルトの開発が要求されてきてい る。従来、高張力ボルトは、JIC G4105 SC M435の低合金鋼を焼入れ、焼戻し処理を行い製造さ れているが、140kgf/mm2以上の引張強さを有す るボルトにおいては、未だ世の中に広く普及しておら ず、耐遅れ破壊特性が劣化することから、はるかに強度 の低いF11Tクラスのボルトにおいてさえ、使用制限 を受けているのが現状である。

【0003】140kgf/mm2 以上の高張力ポルトと 2-145746号公報、特開平2-232340号公 報等に各種成分の高端度鋼及びその製造方法が提案され ている。これらの発明は、遅れ破壊クラックがオーステ ナイト粒界を起点・伝播経路として発生することに注目 し、粒界偏析元素の低減、粒の細粒化等により粒界強化 を図り、耐遅れ破壊特性を改善しているものである。

【0004】しかし、本発明者らは、遅れ破壊に関する 長年の研究により、鉄と鋼72 (1986) S1518 に示すように、遅れ破壊は140kgf/mm² 以上の材 下) で誘起されることを明らかにしており、単に粒界強 化だけでなく、鋼材に侵入し、拡散する水素自体を抑制 しなければ、完全に遅れ破壊に対する懸念を払いのける ことができないことを示した。

#### [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は140kgf /mm² 以上の引張強さを有し、かつ耐遅れ破壊特性に優 れた高張力ボルト用鋼を提供するものである。

#### 100061

境特性に優れた高張力ボルト用鋼の開発を進めた結果、 鋼材への水素侵入・拡散を抑制する成分として、Si及 びNiが極めて効果的であることを見出した。即ち、本 発明の要旨とするところは、重量%で、C:0.20~ 0. 50%, Si: 0. 5~3, 0%, Ni: 1. 0~ 3. 0%、Mn: 0. 50%未満、Cr: 3. 0%以 F. Mo: 0. 5~2. 0%, Cu: 0. 1~0. 4 %、N:0.02%以下なる量を含有し、さらにA!: 0. 005~0.1%, Nb:0.01~0.2%, T %、B:0.0003~0.005%の内の1種または 2種以上含有し、残部は実質的にFe及び不可避的不純 物からなり、かつ焼入れ焼戻し組織を有することを特徴 とする耐遅れ破壊特性に優れた高強度ボルト用鋼にあ り、引張強度140kgf/mm2以上に講質しても、耐 遅れ破壊特性に優れていることを特徴としている。

#### [0007]

【作用】以下に、本発明における鋼の組成限定理由につ いて述べる。

(1) C: 0, 20~0, 50%

Cは素材鋼に熱処理を加えることにより所要の強度を付 与するのに有効な元素であり、その効果を得るためには 0.20%以上会有させることが必要である。しかし、 多すぎると靱性を劣化させると共に耐遅れ破壊特性を劣 化させるので、0.50%以下としたが、できれば0. 30%以下が望ましい。

[0008] (2) Si: 0. 50~3.0%

Siは鋼の脱酸、強度増加に有効な元素であると同時に 鋼材への水素侵入・拡散を抑制し、耐遅れ破壊特性向上 して、例えば特開昭60-114551号公報、特開平 30 にも有効な元素であるが、その含有量が0.50%未満 ではその効果は得難く、できればり、77%を超えるこ とが望ましい。一方、その含有量が3.0%を超えると **靱性の劣化が著しくなるため、その含有量を 0. 50~** 3.0%とした。

[0009] (3) Ni:1.0~3.0%

Niは鋼の焼入性、強度、靱性及び耐腐食性の向上に効 果があるばかりでなく、Siと同時に添加することによ り、鋼材への水素侵入・拡散を抑制し、耐遅れ破壊特性 を向上させる元素であるが、その含有量が1.0%未満 料においては、極めて微量の拡散性水素 (0.3 ppm 以 40 では、その効果は得難く、一方、その含有量が3.0% を超えると効果が飽和し、しかも比較的高価な元素なの で、その含有量を1.0~3.0%とした。

> 【0010】図1にSi、Niの同時添加の効果を示 す。これは、各々10 o×100mmのサンプルを950 ℃×30分で焼入れ、500℃×60分で焼戻し処理 し、36%塩酸に20分間浸漬し強制的に鋼中に水素を チャージした後に、熱的分別法によりサンプルの水素放 出曲線を求めたものである。図から明らかなようにS Ni 同時添加1.たサンプルにおいて、250℃以下

【課題を解決するための手段】本発明者らは、耐遅れ破 50 に見られる拡散性水素の量が極めて少ないことがわか

る。つまりSi、Niの同時添加が鋼中への水素侵入・ 拡散を抑制するのに非常に有効であることがわかる。

【0011】特開昭63-29314号公報では、高S i 化することにより細中の水素の拡散を抑制し、しかも Ni & O. 1 ~ 4. 0%, Zr & O. 01 ~ 0, 15% の範囲で添加することにより耐遅れ破壊特性を改善でき ることが提案されているが、Si及びNiの添加量を上 記のように適切な範囲内に制御し、しかも後述するよう に熱処理条件を適切にすれば、Zェ等の高価な元素を添 加しなくとも十分耐遅れ破壊特性は改善可能である。

【0012】(4)Mn:0.50%未满 Mnは脱酸、脱硫に必要な元素であり、さらに焼入性及 び強度の向上に有効であるが、粒界に偏析し、粒界を脆 化させる元素であるため、0.50%未満にする必要が ある。

#### (5) Cr: 3. 0%以下

Crは焼入性、耐腐食性の向上に有効な元素であるが、 過剰になるとその効果が飽和し、むしろ靱性が劣化し、 焼戻しにも長時間を要し不経済であるので、3.0%以 下とすべきである。

[0013] (6) Mo: 0. 5~2. 0%

Moは嫌入性の向上に寄与すると同時に、結晶粒の微細 化及び粒界強化向上に寄与する元素である。またCuと 同時添加すると自然環境下における鋼表面の腐食孔の生 成を抑制する効果がある。特に、Niを大量に添加する 本発明鋼では腐食孔ができ易い欠点があるためM o を添 加するが、0.5%未満ではその効果は得難く、2.0 %を超えるとその効果が飽和するので、0.5~2.0 %とした。

[0014] (7) Cu: 0. 1~0. 4% CuはMoと同時添加することにより自然環境下におけ る鋼表面の腐食孔の生成を抑制する効果がある。上記と 同じ理由によりMoと同時にCuを添加するが、0.1 %未満ではその効果が得難く、0.4%を超えるとその 効果が飽和するので、0.1~0.4%とした。

【0015】特公昭54-41982号公報には、N i:1.0%以下、Mo:0.5~2.0%、Cu: 0. 1~0.5%の組成において、MoとCuの同時添 mで腐食孔の生成を抑制することが可能となり、耐遅れ 破壊特性を向上できることが提案されているが、Ni: 1.0%以下では母材の水素侵入・拡散を抑制するには 不十分であり、前述の成分範囲にSi、Niを添加し、 後述するように熱処理条件を適切に行えば、大幅に耐遅 れ破壊特性を改善することが可能である。

【0016】(8) N:0.02%以下 Nは粒界に偏析し、粒界を著しく弱くする元素であるた め、遅れ破壊を助長する有害な元素である。そのため含 有量を0.02%以下に抑制する必要がある。

(9) A1:0, 005~0.1%

有効な元素であるが、0.005%未満ではその効果を 得ることはできず、一方、0.1%を超えて含有させて もその効果は飽和してしまい、また介在物の増大による 疵が発生し、靱性が劣化するため、0,005~0,1 %とした。

[0017] (10) V: 0. 01~0. 5% Vは鋼を細粒化し、さらに折出硬化して鋼の強度を向上 させる作用があるので、より高い強度が要求される場合 に添加するが、0.01%未満ではその効果を得ること 10 はできず、一方、0.5%を超えて含有させてもその効 果は飽和してしまうため、0.01~0.5%とした。 [0018] (11) Ti: 0, 005~0, 05% Tiは鋼を細粒化し、さらに析出硬化して鋼の強度を向 上させる作用があるので、より高い強度が要求される場 合に添加するが、0.005%未満ではその効果を得る ことはできず、一方、0.05%を超えて含有させても その効果は飽和してしまい、しかも被削性も劣化するよ うになるため、0.005~0.05%とした。 [0019] (12) Nb: 0. 01~0. 2%

20 Nbは鋼を細粒化し、さらに析出硬化して鋼の強度を向 上させる作用があるので、より高い強度が要求される場 合に添加するが、0.01%未満ではその効果を得るこ とはできず、一方、0.2%を超えて含有させてもその 効果は飽和してしまうため、0.01~0.2%とし

[0020] (13) B: 0. 0003~0. 005% Bは鋼の焼入性を一段と向上させる作用があるので、特 に大型の製品で、より高い強度が要求される場合に添加 するが、0.0003%未満ではその効果を得ることが 30 できず、一方、0.005%を超えて含有させてもその 効果は飽和してしまい、しかも靱性も劣化させるため、 0.0003~0.005%とした。

【0021】上記組成の鋼で140kgf/mm2以上の 引張強さと良好な耐遅れ破壊特性を付与するためには、 **燎入れして低温での変態生成物(マルテンサイトや低温** ベイナイト)となし、これを燎戻した燎入れ燎戻し組織 とすることが必要であるため、鋼の組織を焼入れ焼戻し 組織と定めた。則ち、嫌ならし材、圧延まま材、圧延材 を焼戻した鋼材の組織の如く、高温での変態生成物であ 40 るベイナイト、フェライト、パーライトを主とする組織 では、安定した引張強さで140kgf/mm²以上の高 強度を得難く、耐遅れ破壊特性と引張強さで140kg f /mm<sup>2</sup>以上 の高強度を共に得ようとする本発明の所期 の目的を達成することができない。一方、焼入れままの 鋼は引張強さは高いが、降伏点が低く機械構造用鋼とし て使用される場合に使用中に応力緩和の増大が生じ、さ らに焼入れままでは耐遅れ破壊特性、靱性、加工性等が 良好ではないという問題がある。

【0022】従って、鋼に所定の強度と耐遅れ破壊特性 A | は鋼の脱酸の安定化、均質化及び細粒化を図るのに 50 を付与するためには焼入れ焼戻し処理して、鋼の組織を 5

焼入れ焼戻し組織とする必要がある。さらに焼戻し処理 は、Si及びNiの水素侵入・拡散抑制効果を十分に確\*

 $T \le 5.0 \times ||Si| + ||Ni|| + 7.73.15$ 

但し、Tは絶対温度表示の焼戻し処理温度、tは時間表 示の燎戻し処理時間、「Si] 「Ni] は軍量%表示の

Si及びNiの鋼中濃度である。 【0023】例えば、10 6×100mmのサンプルを

(1) 式及び(2) 式を満足する温度範囲内で焼戻し処 0 分間浸漬し、強制的に鋼中に水素をチャージした後 に、熱的分別法により検出される拡散水素量(250℃ 以下で放出される水素の総計)を比較すると、図2、3 に示すように、拡散性水素量は指定した条件を外れると 急激に増加することがわかる。つまり、(1)(2)式 を満足する温度範囲内での焼戻し処理が重要である。 [0024]

【実施例】次に、本発明を実施例により説明する。先ず 通常の方法により表1に示す成分組成の鋼を (符号1~ 26) を溶製した。鋼1~16は本発明の範囲の組成を 20 【0027】 有している鋼で、鋼17~26は表1中の#印を付けた 点において本発明の範囲から外れた鋼である。表1に成

\*保するため、できれば(1)(2)式の条件を満足する ことが望ましい。

(1) 435,  $15 \le T \times (20 + 1 \circ g t) \le 18500$ 

(2)

分組成を示した。

【0025】各々について、強度を140~160kg f/mm<sup>2</sup> のレベルに調質し、遅れ破壊評価試験を実施し た。遅れ破壊評価試験は、図4に示す形状のノッチ付き 試験片を製作し実施した。この1端を固定し、他端に荷 理を実施した場合とそうでない場合で、36%塩酸に2 10 重をかけることにより曲げ応力を加え、ノッチ部分を酢 酸ナトリウムと塩酸でpH=2に調整した溶液に浸漬しつ つ保持した。

> 【0026】荷重を変えて、曲げ応力と破断時間との関 係を調べ、遅れ破壊曲線を作成し、30時間以上破断せ ずに維持できた荷重を下限界応力とし、30時間強度 (σB30hr) / 静的曲げ応力 (σSB) の値、つまり30 時間強度比で耐遅れ破壊特性を評価した。結果を表2に 示すが、本発明鋼は耐遅れ破壊特性に優れていることは 明らかである。

【表1】

				7	7											_	_							8			
	В	1	1	1	1	0.005	1	1	1	1	1	0.0015	0.0011	1	0.0018	0.0007	0.0005	1	1	1	ı	-	1	ı	1	0.072#	1
	V	1	ı	-	0.04	1	1	ı	1	0.07	0.15	1	ı	0.04	1	0.08	0.05	1	=	1	ı	1	1	1		-	1
	Ti	1	1	0.05	ı	1	ı	1	0.03	0.04	-	1	0.03	1	0.05	0.03	0.03	1	1	1	1	1	1	1	0.20#	1	1
	Nb	-	_		1	1	0.051	0.015	0.14	1	1	0.045	,	0.07	0.038	0.033	0.0020	1	1	1	-	,	0.045	0.051	,		1
	Ai	0.040	0.023	0.047	0.038	0.026	1	0.032	1	0.047	0.029	0.032	0.032	0.052	0.031	0.035	0.046	0.048	0.032	0.040	0.035	0.038	1	1	0.041	0.032	0.035
()	N	0.012	0.015	0.017	0.019	0.000	0.011	0.008	0.017	0.018	0.015	0.012	0.012	0.016	0.015	0.016	0.018	0.015	0.017	0.010	0.013	0.000	0.018	0.105#	0.012	0.015	0.011
%喜重)	Cu	0.40	0.26	0.39	0.35	0.36	0.31	0.38	0.35	0.37	0.22	0.25	0.33	0.22	61.0	0.38	0.23	ancate:	0.22	0.38	0.05#	0.25	0.07#	0.32	0.26	0.25	0.35
粗	Mo	0.51	0.79	0.52	0.59	0.71	0.69	0.61	0.68	0.76	0.68	0.71	0.96		0.63	1.15	0.53	0.52	0.53	0.56	0.28#	100 to	0.20#	0.54	0.58	0.66	0.55
₩ ₩	Cr	2.17	1.62	0.73	1.92	2.14	1.58	1.16	2.97	2.51	0.87	0.97	0.63	0.86	0.82	2.85	1.98	2.87	1.76	2.93	0.92	2. 16	1.49	0.97	2.85	2. 23	1.98
£	Wn	0.28	0.43	0.26	0.45	0.34	0.48	0.38	0.27	0.32	0.26	0.43	0.42	0.43	0.33	0.38	0.46	0.27	0.39	0.42	0.35	1.32#	1.13#	0.49	0.27	0.44	0.45
	Ni	1.54	1.27	1.02	1.9	1.66	1.68	1.13	1.84	1.7	1.49	1.06	1.24	1.38	1.06	1.86	1.38	1.52	0.24#	0.42#	0.83	0.92	1.05	0.88	0,92	0.98	### 
	Si	1.53	1.24	0.98	0.93	0.82	1.56	1.54	1.27	1.06	1.11	0.97	0.96	0.53	1.45	0.64	1.42	0.25#	1.46	0.28#	0.87	1.15	1.56	1.39	1.18	0.92	1.43
	၁	0.21	0.23	0.24	0.37	0.24	0.27	0.25	0.32	0.29	0. 22	0.28	0.24	0.28	0.21	0.27	0. 28	0.26	0.33	0.27	0.62#	0.31	0. 28	0.36	0.42	0.39	0.27
世	卟	-	2	3	7	S	9	7	8	6	10	Ξ	12	13	14	15	16	11	82		20	21	22	_	_	52	92
					#		緥		野		羅									=	₹	ħ	<b></b>	题	¥		

[0028] [表2]

10

0		

符号	引張強さ kgf/mg²	O BSOhr O BB	焼入れ温度 ℃	焼戻し温度
1	1 5 2. 2	0.80	920	450
2	1 5 3. 0	0. 8 1	960	500
3	1 5 2. 3	0.83	930	480
4	1 5 1. 0	0. 7 9	950	4 7 5
5	1 5 1. 7	0. 8 1	920	460
6	1 5 3. 5	0. 7 8	950	5 3 0
7	1 4 8. 5	0. 7 7	920	500
8	1 5 3. 6	0. 7 3	9 1 0	5 5 0
9	1 5 1. 0	0. 7 2	960	500
10	1 5 2. 4	0. 7 7	960	4 5 0
11	1 5 0. 6	0.63	920	4 8 0
12	1 4 8. 6	0.65	920	4 0 0
13	1 5 1. 7	0.62	950	4 5 0
14	1 5 1. 1	0.63	920	500
15	1 4 9. 7	0. 6 5	950	470
16	1 4 7. 5	0. 6 4	9 4 0	600
17	1 5 2. 1	0. 3 6	910	450
18	1 5 0. 4	0.33	960	550
19	1 5 2. 7	0. 2 8	920	500
20	1 5 6. 1	0.35	920	470
21	1 4 9. 0	0.45	950	490
22	1 4 8. 7	0.38	920	600
23	1 5 5. 9	0. 3 5	9 3 0	480
24	1 5 2. 7	0.32	930	4 7 5
25	1 5 1. 5	0. 2 6	980	5 3 0
26	1 4 7. 6	0. 2 8	9 1 0	600
	2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25	1	Section   Sect	

#### [0029]

【発明の効果】以上述べたように、本発明は140kg [/mm²以上の引張強さを有し、かつ耐運れ破壊特性に 使れた高張力ボルト用鋼を提供するものである。例え ば、最近特に構造物の大型化、自動車や工作機械等の軽 量化に伴い、引張強さ140kg[/mm²以上の高張力 ボルトの開発の要求が社会的に高まっているが、本発明 はこれらの二一ズに十分応えることが可能な耐遅れ破壊 特性に優れた高張力ボルト用鋼を提供することが可能な 特性に優れた高張力ボルト用鋼を提供することが可能な

# 40 なる。

【図面の簡単な説明】

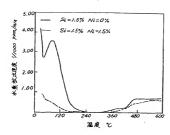
【図1】Si、Ni同時添加の効果を示す図である。

【図2】焼戻し条件と鋼材の拡散性水素量の関係を示す 図である。

【図3】焼戻し条件と鋼材の拡散性水素量の関係を示す 図である。

【図4】遅れ破壊評価試験片形状を示す図である。

【図1】



[図4]

